

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **54-155912**
 (43)Date of publication of application : **08.12.1979**

(51)Int.CI.

B22F 3/02

(21)Application number : **53-064613**
 (22)Date of filing : **30.05.1978**

(71)Applicant : **SHOWA DENKO KK**
 (72)Inventor : **AO TAKAO
 MIZUSAKI YUJIRO
 TOYOSHIMA HIDEO
 HASHIBA HEISHIRO
 MITSUISHI HISAO**

(54) FORMING METHOD FOR METAL GREEN COMPACT

(57)Abstract:

PURPOSE: To easily manufacture sintered parts of high density and high strength by turning raw material metal powder into a primary green compact under a low compacting press, after which the compact is wetted with a lubricant, dried, compressed to a secondary green compact, and sintered.

CONSTITUTION: Metal powder as raw material for sintered parts is charged into press dies and applied with a press. of 0.5W20 tons/cm² to form a primary green compact with a density corresponding to about 40W85% of the theoretical density. The outside of the compact is wetted with a liquid lubricant obtd. by dissolving metal soap such as zinc stearate in a rapid drying org. solvent such as trichloroethylene or carbon tetrachloride, or by suspending fine particles of graphite, MoS₂ or the like in a suitable dispersion medium. The wetted compact is then dried to remove the solvent or medium in the lubricant by gasifying. The dried compact is further compacted under a press. higher than the primary compacting press. to form a secondary green compact, which is finally sintered to manufacture sintered parts.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨日本国特許庁(JP)

⑪特許出願公開

⑩公開特許公報(A)

昭54-155912

⑤Int. Cl.²
B 22 F 3/02

識別記号 ②日本分類
10 A 60

府内整理番号
6735-4K

③公開 昭和54年(1979)12月8日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 6 頁)

④金属圧粉体の成形方法

②特 願 昭53-64613

②出 願 昭53(1978)5月30日

⑦発明者 粟生隆夫

会津若松市旭町二丁目41番地

水崎雄二郎

福島県河沼郡河東町大字岡田字

五倫乙1757番地

豊島秀夫

福島県河沼郡河東町大字東長原

同

宇村西乙133番地

橋場兵四郎

福島県河沼郡河東町大字東長原

字村西乙148-1番地

三石久夫

東京都目黒区下目黒五丁目34番

25号

⑦出願人 昭和電工株式会社

東京都港区芝大門一丁目13番9

号

⑦代理人 弁理士 志賀正武

明細書

1. 発明の名称

金属圧粉体の成形方法

2. 特許請求の範囲

原料金属粉末を最終成形圧力よりも低い圧力で圧粉成形して一次圧粉体を得、続いてこの一次圧粉体の少くとも外表面を液体潤滑剤で潤滑した後これを乾燥させ、次いで前記一次圧粉体を前記最終成形圧力で成形して二次圧粉体を得ることを特徴とする金属圧粉体の成形方法。

3. 発明の詳細な説明

この発明は各種金属の焼結部品を製造する方法に関し、より詳しくは原料粉末を圧粉成形して圧粉体を得る際における潤滑方式を改良した金属圧粉体の成形方法に関するものである。

周知の如く焼結部品の製造過程において、

原料粉末を圧粉成形する際に押型内面と粉末粒子との間あるいは粉末粒子相互間の摩擦が大きくなれば、粉体に加わる成形圧力が不均一となつて圧粉体密度が不均一となると共に、所要の圧粉密度を得るために大きな成形圧力を必要とするようになる等の問題が生じるから、圧粉成形中の摩擦は可及的に減少させることが望ましく、このように圧粉成形中の摩擦を減少させるための方法として潤滑剤を使用することが広く採用されている。

上述のように潤滑剤を使用する具体的な潤滑方法としては、原料粉末中に潤滑剤を添加混合してその混合粉末を圧粉成形する所調粉末潤滑法と、押型の内壁面に予め潤滑剤を塗布しておく所謂押型潤滑法とが知られている。前者の粉末潤滑法は、單に原料粉末に潤滑剤を添加混合するだけではいいから、後者の押型潤滑法と比較し作業が格段に簡単であり、しかも複雑な形状の押型を使用する場合でも特

に支障ないから、工業的には多くの場合前者の粉末潤滑法が採用されている。しかしながら粉末潤滑法においては、次のような各種の欠点がある。すなわち、

- (1) 潤滑剤自体が圧粉体中においてある程度の体積を占めるため、その分圧粉体の密度が低下する。
- (2) 圧粉体の強さは金属粉末粒子の相互間の金属接觸の程度によって左右されるものであるから、金属粉末粒子間に潤滑剤が存在することによって圧粉体の強さを弱める結果となる。
- (3) 焼結体の密度も潤滑剤添加による圧粉体密度低下により低下して、必然的に焼結体強度が低下する。
- (4) 焼結前に圧粉体内部の潤滑剤を除去するための所謂ディワックスの工程が必要となり、このため工程が複雑となると共に、焼結炉の構造もディワックス炉内のワックスで汚染された雰囲気が焼結炉内に侵入して焼結に悪影響

を及ぼすことがないよう、特別に配慮した構造としなければならず、かつまたディワックス炉自体もワックスによって耐火物の損傷が激しくなる。

このように粉末潤滑法は工業上広く採用されているにもかかわらず各種の欠点がある。これに対し後者の押型潤滑法では前述のような欠点がなく、特に高密度焼結部品の製造に最適であることが知られている。しかしながら押型潤滑法は、押型に個別に潤滑剤を塗布しなければならないため、量産的な規模で実施することは技術的に困難であり、特に複雑な形状の押型や狭くかつ深い押型の内壁面に均一に潤滑剤を塗布する作業を自動化して量産規模で実施することは極めて困難である。

この発明は以上のような事情に鑑みてなされたものであり、押型潤滑法で潤滑した場合と同程度の高密度高強度の圧粉体が容易に得られるようにして高密度高強度の焼結部品が

得られるようにし、しかも量産規模で製造するに適した金属圧粉体の成形方法を提供することを目的とする。

すなわちこの発明の方法は、原料金属粉末を最終成形圧力よりも低い成形圧力で圧粉成形して一次圧粉体を作り、続いてこの一次圧粉体の少くとも外表面を潤滑剤で潤滑した後これを乾燥させ、次いで一次圧粉体を最終成形圧力で成形して二次圧粉体を得ることを特徴とするものである。

以下この発明の方法をより具体的に説明する。

この発明の方法においては、先ず原料粉末を、最終成形圧力よりも低い成形圧力で圧粉成形して、一次圧粉体を得る。この一次成形圧力の下限は、得られる一次圧粉体の形崩れが生じない程度であれば良く、また上限は押型内壁面との間に“かじり”が発生しない程度即ち押型内壁に圧粉体が附着して粗粒が生

じなくなるよう状態が発生しない程度に定めれば良く、その具体的数値は金属粉末の種類によつても異なるが通常は一次圧粉体の密度が理論密度に対し約10%～85%程度となる約1.5～2.0 ton/cm³程度に定めるのが適当である。また前述のような一次圧粉成形においては、特に潤滑剤を使用しない無潤滑圧粉法、押型内面に潤滑剤を予め塗布しておく押型潤滑法、原料粉末に予め潤滑剤を添加混和しておく粉末潤滑法の内、いずれを採用しても良い。すなわち一次圧粉体にはほど高い密度が要求されないから、内壁面に炭化等の表面処理を施した押型や内壁面に潤滑性が良好なグラファイトあるいはB₄N₃焼結体等を嵌め込んだ押型を使用すれば、無潤滑圧粉法でも充分に一次圧粉体を得ることができるが、場合によつては押型内面に潤滑剤を塗布しても、さらには原料粉末中に潤滑剤を添加混和しても良い。但し、粉末潤滑法を採用する場

合には、一次圧粉成形後に一次圧粉体が焼結しない程度の温度に加熱して潤滑剤を除去する作業、すなわち所謂ディワックスを行う必要がある。

次に、前述のようにして得られた一次圧粉体の少くとも外表面を液体潤滑剤によつて湿润させる。ここで液体潤滑剤としては、ステアリン酸亜鉛等の金属石ケンをトリクロルエチレンまたは四塩化炭素等の速乾性の有機溶剤に溶解させたもの、あるいはグラファイト、M.S.₂等の微粒子を適当な分散媒に懸濁させたものが使用される。なおここで「一次圧粉体の少くとも外表面を液体潤滑剤で湿润させる」とは、最も広義を意味で使用するものとし、一次圧粉体を潤滑剤の液槽へ直接浸漬する場合は勿論、液体潤滑剤を刷毛等により一次圧粉体の表面に塗布する場合、あるいは液体潤滑剤をスプレーによつて一次圧粉体の表面に吹付ける場合等を含む。このように潤滑

剤を湿润させた後には、常温乾燥または温風乾燥等によつて一次圧粉体を乾燥させ、潤滑剤の溶媒または分散媒を気化し除去する。しかしして一次圧粉体の表面には、潤滑性微粒子もしくは金属石ケンの皮膜が均一に形成される。なお潤滑剤湿润は、前述の如く一次圧粉体を潤滑剤の液槽に浸漬するかまたは潤滑剤の液をスプレーもしくは塗布することによつてなされるから、作業を完全に自動化することが容易に可能である。

上述の如く潤滑剤湿润および乾燥を行つた後、通常の焼結部品製造方法における圧粉成形時の成形圧力と同程度の最終成形圧力、すなわち前記一次成形圧力よりも高い圧力で一次圧粉体を圧粉成形し、二次圧粉体を得る。この最終圧粉成形工程では、押型内壁面に潤滑剤を塗布する必要はなく、しかもこのように押型内壁面に潤滑剤を塗布せずとも、潤滑剤を塗布した場合と同等の圧力でほぼ同等の

高密度圧粉体を得ることができる。すなわち、前述の如く一次圧粉体の少くとも外表面を液体潤滑剤によつて湿润し、これを乾燥させることによつて一次圧粉体の表面に潤滑性微粒子や金属石ケンの皮膜が均一に生成され、この皮膜が押型内面と一次圧粉体との間で潤滑作用を発するからである。

従つて、潤滑剤の液は一次圧粉体の少くとも外表面を湿润する程度で充分であり、一次圧粉体の内部に含浸せしめる必要はない。一次圧粉体はすでにある程度の圧力で圧粉成形されてしまふが、理論密度の40%～55%程度の圧粉体であるから、内部の空隙はきわめて微細な空孔ではあるがほとんど連続したいわゆるオープンボアを形成している。このような圧粉体を潤滑剤の液中に浸漬した場合、少くとも大気圧下では内部の微細な空孔内の空気と液とが置換する速度は遅く、短時間の浸漬であれば液が圧粉体内部へ浸入すること

は少い。浸漬時間は、原料粉の特性、圧粉体の密度等によつて異り、これらに応じて最適値が決められるが通常1～1.5秒程度の浸漬時間で充分その目的を達しうる。この程度の浸漬時間であれば、液は一次圧粉体の表面および極めて狭い表層内空孔に浸入するに止つており、内層の空孔内に液が浸入して乾燥後もその空孔内に潤滑剤を残すことにより二次圧粉体成形時に金属間接触が妨げられるような事態は起らない。

このような理由により、二次圧粉成形においては表面層以外の内層部はほぼ完全に金属面接触がなされて、高密度圧粉体を得ることができるものと考えられる。またこのような観点から、二次圧粉成形における金属面接触をより完全にするためには、一次圧粉成形における圧力を“かじり”が生じない程度まで高めると共に、潤滑剤浸漬時間をある程度短くして、一次圧粉体の表面層のみに潤滑剤

が含浸されるようにならざることが望ましい。しかしながら仮に一次圧粉体の中心部まで潤滑剤が含浸されていたとしても、従来の粉末潤滑法と比較すれば内部の潤滑剤分布量は格段に少なく、したがつてこの場合でも粉末潤滑法の場合と比較し格段に良好な金属面接触を得て高密度圧粉体を得ることができる。

上述のようにして二次圧粉体を得た後、この二次圧粉体を焼結して焼結部品を得る。この焼結条件は、金属粉末の種類に応じて適宜設定すれば良い。二次圧粉体は前述の如く良好な金属面接触がなされて高密度となつてゐるから、焼結部品は高密度かつ高強度となる。なお、二次圧粉体は前述の如く充分な金属面接触が得られているから、焼結前の段階で潤滑剤を除去させるための所謂ダイワックスを行つ必要はない。

以下この発明の実施例を記す。

例1と同様の原料混合粉末を用い、前記同様の押型の内面にステアリン酸亜鉛飽和溶液を塗布して5ton/cm²の圧力で圧粉成形し、実施例1と同様の条件により焼結した比較例(従来の押型潤滑法を適用した例)の試験結果を第1表の下段に示す。

第1表

	引張強さ (kg/mm ²)	伸び (%)
実施例1	20.5	5.0
比較例	21.8	4.5

第1表から明らかなように、実施例1により得られた焼結部品は、従来の押型潤滑法を適用して得られた焼結部品(比較例)とほぼ同等な機械的特性を有する。また実施例1で使用される主原料粉末であるAl粉末は各種の合金粉末の内でも特に“かじり”が生じやすいものであるが、実施例における一次お

実施例1

一ダミメッシュのAl粉末92.5重量部と一ダミメッシュのAl-60%Cu-47%Ni-5.3%Si合金粉7.5重量部とを混合し、この混合粉末を内面に表面処理を施した押型(潤滑剤塗布せず)に充填して、圧粉密度が理論密度の80%となるようにJSPM標準2-64に準じた引張試験片の形状に成形して一次圧粉体を得た。この一次圧粉体を四塩化炭素のステアリン酸亜鉛飽和溶液中に10秒間浸漬し、続いで温風を吹き付けて乾燥させた。次いで一次圧粉体を、前述の押型のキャビティよりスプリングバック分と潤滑剤皮膜分だけ大きいキャビティを有する押型に装入し、5ton/cm²の圧力で圧粉成形した。得られた二次圧粉体を大気中において560°C×30分間焼結した。この実施例1により得られた焼結部品に引張試験を施したところ、次の第1表に示す結果が得られた。なお、この実施

および二次圧粉成形過程ではまったく“かじり”が生じなかつた。

実施例2

一ダミメッシュのAl粉末92.5重量部と一ダミメッシュのAl-60%Cu-47%Ni-5.3%Si合金粉7.5重量部とを混合し、この混合粉末に固体潤滑剤のステアリン酸亜鉛を0.7wt%添加して混合した後、通常のダイス鋼製の押型を用いて理論密度の80%となるようJSPM標準2-64に準じた引張試験片の形状に成形した。得られた一次圧粉体を大気中において420°Cで30分間加熱してダイワックスを行つた。この後一次圧粉体を四塩化炭素のステアリン酸亜鉛飽和溶液中に10秒間浸漬し、次いで温風を吹き付けて乾燥させた。続いで一次圧粉体を、前述の押型のキャビティよりもスプリングバック分および潤滑剤皮膜分だけ大きい内容積のキャビティを有する押型に装入し、5ton/cm²の成形圧力を

圧粉成形した。得られた二次圧粉体を大気中において $560^{\circ}\text{C} \times 30$ 分間焼結した。得られた焼結部品の引張試験結果を次の第2表に示す。

第2表

	引張強さ (kg/mm ²)	伸び (%)
実施例3	21.2	7.4

第2表の結果と第1表の結果とを比較すれば、一次圧粉成形の段階で粉末潤滑法を採用した場合(実施例3)には、無潤滑の場合(実施例1)と同等の機械的特性を有する焼結部品が得られることが明らかである。

実施例3

-200メッシュの電解銅粉を、内面に表面処理を施した押型に充填して、圧粉体密度が理論密度の60%となるようにJIS PM標準2-64に準じた引張試験片の形状に圧粉

成形して一次圧粉体を得た。この一次圧粉体を四塩化炭素のステアリン酸亜鉛飽和溶液中に10秒間浸漬し、その後温風を吹付けて乾燥させた。次いで前記押型よりもスプリングバツク分および潤滑剤皮膜分だけ大きいキャビティを有する押型に一次圧粉体を装入して、5ton/cm²の成形圧力で圧粉成形した。得られた二次圧粉体を精製水蒸気中において 950°C で60分間焼結した。得られた焼結体の引張試験結果を次の第3表に示す。なお、この実施例3と同一の電解銅粉を用い、前記同様の押型の内面にステアリン酸亜鉛飽和溶液を塗布して5ton/cm²の圧力で圧粉成形し、実施例3の焼結条件と同一の焼結条件で焼結した場合(従来の押型潤滑法による比較例)の試験結果を第3表の下段に示す。

第3表

	引張強さ (kg/mm ²)	伸び (%)
実施例3	18.2	12.3
比較例	19.5	18.6

第3表から明らかなように、実施例3により得られた焼結部品は、伸びにおいては従来の押型潤滑法による焼結部品よりも若干低いが、強さはほぼ同等である。なお、実施例3においては、一次圧粉成形および最終的な圧粉成形のいずれにおいても“かじり”がまったく生じなかつた。

実施例4

-80メッシュのアトマイズ鉄粉7%を押型に充填して、圧粉体密度が理論密度の70%となるようφ11.3mmの円柱状に圧粉成形して、一次圧粉体を得た。この一次圧粉体を四塩化炭素のステアリン酸亜鉛飽和溶液中に10秒間浸漬し、続いて温風を吹付けて乾燥させた。次いで前述の押型のキャビティよりもスプリングバツク分と潤滑剤皮膜分だけ大きいキャビティを有する押型に前記一次圧粉体を装入して、5ton/cm²の成形圧力で圧粉成形した。得られた二次圧粉体を精製水蒸気

中において 1150°C で60分間焼結した。この焼結部品のブリネル硬さを測定したところ、次の第4表に示す結果が得られた。なおこの実施例4と同一の原料粉末を用い、前記同様の押型の内面に四塩化炭素のステアリン酸亜鉛飽和溶液を塗布して5ton/cm²の成形圧力で圧粉成形し、実施例4と同一の焼結条件で焼結した場合(従来の押型潤滑法による比較例)の試験結果を第4表の下段に示す。

第4表

	ブリネル硬さ
実施例4	39
比較例	39

第4表の結果から明らかなように実施例4により得られた焼結部品は、従来の押型潤滑法を適用して得られた焼結部品と同等の硬さを有する。

以上の説明および各実施例から明らかのように、この発明によれば従来の押型潤滑法を適用した場合とほぼ同程度の高密度圧粉体を得て高密度高強度の焼結部品を得ることができ、しかもこの発明の二次成形前の潤滑剤湿润工程は完全に自動化することが容易であり、したがって、一次圧粉成形において無潤滑圧粉法または粉末潤滑法を採用すれば一連の作業を全て自動化して量産的規模で実施することができ、さらにまた一次圧粉成形において無潤滑圧粉法もしくは押型潤滑法を採用すればデイワックスの工場を完全に省くことができる等、各種の効果を得ることができる。

出願人 昭和電工株式会社

代理人 弁理士 志賀正武

